

SEA JP10102042/PN

L26 ANSWER 1 OF 1 WPIDS (C) 2002 THOMSON DERWENT

AN 1998-292393 [26] WPIDS

DNN N1998-229778 DNC C1998-091099

TI Auxiliary composition for e.g. abrasive compositions – comprises water-soluble or water-dispersible organic polymer.

DC A14 A85 A88 L02 L03 P61

PA (KAOS) KAO CORP

CYC 1

PI JP 10102042 A 19980421 (199826)\* 9p <--

ADT JP 10102042 A JP 1996-257199 19960927

PRAI JP 1996-257199 19960927

AN 1998-292393 [26] WPIDS

AB JP 10102042 A UPAB: 19980701

In an auxiliary composition containing at least a processing auxiliary and water, the processing auxiliary comprises a water-soluble or water-dispersible organic polymer, and has a weight average molecular weight of 500-1000000 and is obtained by polymerising: (a) a monomer of formula (IA); and (b) at least one monomer of formulae (IIB) and (IIC). In (IA): R1 and R2 = H or methyl; m1 = 0-2; AO = 2-3C oxyalkylene; n = 1-300; and X =H or 1-3C alkyl. In (IIB) and (IIC): R3, R4 and R5 = H, methyl or  $(CH_2)m_2COOM_2$ ; R6 = H or methyl; M1, M2 and Y=H, alkali metal, alkaline earth metal, ammonium, alkylammonium or substituted alkylammonium; and m2 = 0-2. (IIB) includes its anhydride.

USE – The auxiliary compositions for processing, abrasive compositions and the surface processing are used for surface-processing brittle materials, e.g. magnetic disk substrates, silicon wafers for semiconductors, lenses, mirrors, prisms and ceramic materials.

ADVANTAGE – The auxiliary compositions, abrasive compositions and surface-processing method do not cause defects such as pits and scratches on surfaces and can process surfaces at a high speed.

Dwg.0/2

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-102042

(43)公開日 平成10年(1998)4月21日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
C 0 9 K 3/14

識別記号  
5 5 0

F I  
C 0 9 K 3/14

5 5 0 Z  
5 5 0 D  
5 5 0 K

B 2 4 B 37/00  
C 0 8 F 290/06

B 2 4 B 37/00  
C 0 8 F 290/06

H

審査請求 未請求 請求項の数 8 O.L. (全 9 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平8-257199

(22)出願日 平成8年(1996)9月27日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 山本 裕三

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会社研究所内

(72)発明者 厚木 剛

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会社研究所内

(72)発明者 田所 敬章

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研究所内

(74)代理人 弁理士 羽鳥 修 (外1名)

(54)【発明の名称】 加工用助剤組成物、研磨材組成物及び表面加工方法

(57)【要約】

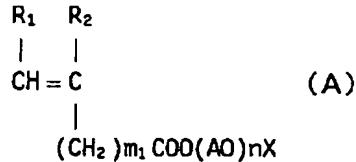
【課題】 被加工物の表面に表面欠陥を生じさせること無く高速度で表面加工し得る加工用助剤組成物、研磨材組成物及び表面加工方法を提供すること。

【解決手段】 少なくとも加工用助剤と水とを含む本発明の加工用助剤組成物は、該加工用助剤が水溶性又は水分散性の有機高分子からなり、該有機高分子は、その重量平均分子量が500～100万である、ポリアルキレングリコールモノエステル系単量体とアクリル酸系又はメタクリル酸系単量体とを重合して得られる共重合体等である。

(2)

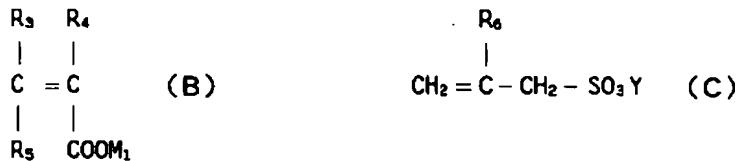
## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも加工用助剤と水とを含む加工用助剤組成物において、上記加工用助剤が水溶性又は水分散性の有機高分子からなり、該有機高分子は、その重量平均分子量が500～1000



(式中、R<sub>1</sub> 及びR<sub>2</sub> は水素原子又はメチル基を示し同一又は異なつてもよく、m<sub>1</sub> は0～2の整数を示し、AOは炭素数2～3のオキシアルキレン基を示し、nは1～300の整数を示し、Xは水素原子又は炭素数1～3のアルキル基を示す。)

## 【化2】



(式中、R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub> 及びR<sub>5</sub> は水素原子、メチル基又は(CH<sub>2</sub>)<sub>m<sub>2</sub></sub>COOM<sub>2</sub>を示し同一又は異なつてもよく、R<sub>6</sub> は水素原子又はメチル基を示し、M<sub>1</sub>、M<sub>2</sub> 及びYは水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム又は置換アルキルアンモニウムを示し同一又は異なつてもよく、m<sub>2</sub> は0～2の整数を示す。また、一般式(B)においては、その酸無水物も含む。)

【請求項2】 上記加工用助剤を組成物中に0.01～30重量%含有する、請求項1記載の加工用助剤組成物。

【請求項3】 更に単量体型の酸化合物の金属塩を一種以上含有する、請求項1又は2記載の加工用助剤組成物。

【請求項4】 上記単量体型の酸化合物の金属塩を組成物中に0.001～30重量%含有する、請求項3記載の加工用助剤組成物。

【請求項5】 上記単量体型の酸化合物の金属塩が、硝酸の金属塩、硫酸の金属塩、シウ酸の金属塩及び乳酸の金属塩からなる群から選ばれる一種以上である、請求項3又は4記載の加工用助剤組成物。

【請求項6】 固定砥石と併用される、請求項1～5の何れかに記載の加工用助剤組成物。

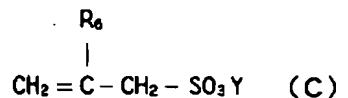
【請求項7】 請求項1～5の何れかに記載の加工用助剤組成物と研磨材とからなり、該研磨材の含有量が0.01～30重量%であることを特徴とする研磨材組成物。

【請求項8】 請求項1～5の何れかに記載の加工用助剤組成物を被加工物の表面に接触させ、これと同時に砥石又は砥粒を該被加工物の表面に押し付けることを特徴

万であり、且つ下記一般式(A)で表される単量体

(a)と、下記一般式(B)及び(C)で表される化合物の中から選ばれる一種以上の単量体(b)とを重合して得られる共重合体であることを特徴とする加工用助剤組成物。

## 【化1】



とする表面加工方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、基板、特に磁気ディスク用基板やレンズ、セラミックス素材等の表面加工に有用な加工用助剤組成物、研磨材組成物及び表面加工方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】ガラス素材、カーボン素材、及びセラミックス素材のような脆性材料からなる部材の表面研磨は、一般にサブミクロンから数10ミクロンサイズのダイヤモンドやアルミナ、SiCなどの研磨砥粒を水中に分散させた研磨材組成物を用いて行われている(特開昭54-89389号公報、特開平1-205973号公報等)。

【0003】しかし従来の研磨材組成物を用いた表面研磨では、昨今の高品位表面に対する要求や低コストの要求に応えるには不十分であった。例えば、従来の研磨材組成物においては、研磨材組成物中の研磨砥粒の分散性や加工屑(研削や研磨により発生した微粉)の分散除去・再付着防止が不十分なために、被研磨物の表面にピットやスクラッチ等の表面欠陥が生じたり、また、研磨

(3)

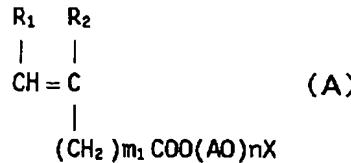
速度が上げられず低コスト化に限界があった。

【0004】従って、本発明の目的は、被加工物の表面、特に脆性材料からなる被加工物の表面に表面欠陥を生じさせること無く高速度で表面加工し得る加工用助剤組成物、研磨材組成物及び表面加工方法を提供することにある。

【0005】

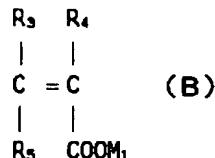
【課題を解決するための手段】本発明者らは銳意検討した結果、加工用助剤として特定の有機高分子を用いることにより上記目的を達成し得ることを知見した。

【0006】本発明は上記知見に基づきなされたもの



(式中、 $R_1$  及び  $R_2$  は水素原子又はメチル基を示し同一又は異なってもよく、 $m_1$  は 0 ~ 2 の整数を示し、AO は炭素数 2 ~ 3 のオキシアルキレン基を示し、 $n$  は 1 ~ 300 の整数を示し、X は水素原子又は炭素数 1 ~ 3 のアルキル基を示す。)

【0008】



(式中、 $R_3$ 、 $R_4$  及び  $R_5$  は水素原子、メチル基又は  $(CH_2)_m_2 COOM_2$  を示し同一又は異なってもよく、 $R_6$  は水素原子又はメチル基を示し、 $M_1$ 、 $M_2$  及び Y は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム又は置換アルキルアンモニウムを示し同一又は異なってもよく、 $m_2$  は 0 ~ 2 の整数を示す。また、一般式 (B)においては、その酸無水物も含む。)

【0009】また、本発明は、上記加工用助剤組成物と研磨材とからなり、該研磨材の含有量が 0.01 ~ 30 重量% であることを特徴とする研磨材組成物を提供するものである。

【0010】また、本発明は、上記加工用助剤組成物を被加工物の表面に接触させ、これと同時に砥石又は砥粒を該被加工物の表面に押し付けることを特徴とする表面加工方法を提供するものである。

【0011】

【発明の実施の形態】まず、本発明の加工用助剤組成物について説明する。

【0012】上述の通り、本発明の加工用助剤組成物は、加工用助剤と水とを必須成分とするものである。

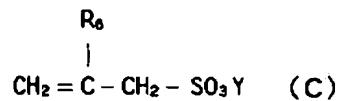
【0013】本発明の加工用助剤組成物に使用される上記加工用助剤としては、水溶性又は分散性の有機高分子であって、その重量平均分子量が 500 ~ 100 万であり、且つ上記一般式 (A) で表される単量体 (a)

で、少なくとも加工用助剤と水とを含む加工用助剤組成物において、上記加工用助剤が水溶性又は分散性の有機高分子からなり、該有機高分子は、その重量平均分子量が 500 ~ 100 万であり、且つ下記一般式 (A) で表される単量体 (a) と、下記一般式 (B) 及び (C) で表される化合物の中から選ばれる一種以上の単量体 (b) とを重合して得られる共重合体であることを特徴とする加工用助剤組成物を提供することにより上記目的を達成したものである。

【0007】

【化3】

【化4】



と、上記一般式 (B) 及び (C) で表される化合物の中から選ばれる一種以上の単量体 (b) とを重合して得られる共重合体である有機高分子が用いられる。

【0014】上記有機高分子について詳述すると、上記一般式 (A) において、 $R_1$  及び  $R_2$  は、上述の通り水素原子又はメチル基を示し、同一でも異なってもよい。

特に、 $R_1$  及び  $R_2$  が両方とも水素原子であるか又は  $R_1$  が水素原子で  $R_2$  がメチル基であることが好ましい。 $m_1$  は、0 ~ 2 の整数を示し、好ましくは 0 又は 1 である。AO は、炭素数 2 ~ 3 のオキシアルキレン基 (即ち、オキシエチレン基又はオキシプロピレン基) を示し、好ましくはオキシエチレン基である。 $n$  は 2 ~ 300 の整数を示し、好ましくは 2 ~ 150 の整数である。X は水素原子又は炭素数 1 ~ 3 のアルキル基を示し、好ましくは水素原子、メチル基又はエチル基である。

【0015】上記一般式 (A) で表される化合物として好ましいものの具体例としては、メトキシポリエチレン

(4)

グリコール、メトキシポリエチレンポリプロピレングリコール、エトキシポリエチレングリコール、エトキシポリエチレンポリプロピレングリコール、プロポキシポリエチレングリコール、プロポキシポリエチレンポリプロピレングリコール等の片末端アルキル封鎖ポリアルキレングリコールとアクリル酸、メタクリル酸又は脂肪酸の脱水素（酸化）反応物とのエステル化物や、アクリル酸、メタクリル酸又は脂肪酸の脱水素（酸化）反応物へのエチレンオキシド、プロピレンオキシド付加物が挙げられる。上記一般式（A）で表される化合物において、エチレンオキシド及びプロピレンオキシドの双方を付加させる場合には、ランダム付加、ブロック付加、交互付加等のいずれでも用いることができる。この場合、エチレンオキシドとプロピレンオキシドとの付加モル比（前者／後者）は、1／100～100／1であることが好ましく、5／100～100／5であることが更に好ましい。

【0016】上記一般式（B）で表される化合物として好ましいものの具体例としては、アクリル酸、メタクリル酸及びクロトン酸並びにこれらの金属塩や、不飽和ジカルボン酸系单量体である無水マレイン酸、マレイン酸、無水イタコン酸、イタコン酸、無水シトラコン酸、シトラコン酸及びフマル酸並びにこれらのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩及びアミン塩が挙げられる。

【0017】上記一般式（C）で表される化合物として好ましいものの具体例としては、アリルスルホン酸及びメタリルスルホン酸並びにこれらのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩及びアミン塩が挙げられる。

【0018】上記共重合体においては、上記单量体（a）及び（b）のモル比〔单量体（a）／单量体（b）〕が0.1／100～100／100であることが好ましく、10／100～90／100であることが更に好ましく、10／100～60／100が最も好ましい。該单量体（a）及び（b）のモル比をかかる範囲内とすることにより、研磨材（砥粒）や加工屑の分散性が良好となるので好ましい。また、上記单量体（b）は、上記一般式（B）で表される化合物のみ若しくは上記一般式（C）で表される化合物のみからなるか、又は上記一般式（B）で表される化合物と上記一般式（C）で表される化合物とが任意のモル比で混在する化合物である。上記一般式（B）で表される化合物と、上記一般式（C）で表される化合物とのモル比〔一般式（B）：一般式（C）〕は99：1～60：40であることが好ましい。特に、上記单量体（b）として、上記一般式（B）で表される化合物を用いることが好ましい。

【0019】上記共重合体においては、その加工用助剤としての機能を損なわない範囲内で他の共重合可能な单量体と更に共重合させてよい。該单量体としては、ア

クリロニトリル、アクリル酸エステル、アクリルアミド、メタクリルアミド、スチレン、スチレンスルホン酸等が挙げられる。

【0020】上記单量体（a）及び（b）の共重合様式は、ランダム共重合、ブロック共重合、交互共重合、グラフト共重合の共重合様式をとることができ、得られる共重合体の加工用助剤としての機能を損なわない限り特に制限されない。

【0021】特に、上記共重合体の中でも、研磨材（砥粒）や加工屑の分散性の点から、オキシアルキレン基を好ましくは2～300モル、更に好ましくは2～150モル導入したポリアルキレングリコールモノエステル系单量体（特に、アクリル酸又はメタクリル酸のポリアルキレングリコールエステル）とアクリル酸系又はメタクリル酸系单量体とを重合して得られる共重合体を用いることが望ましい。

【0022】上記共重合体は、水溶性又は水分散性である。その結果、水に溶解又は分散された状態で用いられて、被加工物の表面加工に効果的に作用する。尚、該重合体を水溶性又は水分散性にするためには、例えば後述する該共重合体の調製条件等を適宜コントロールすればよい。

【0023】上記共重合体は、その重量平均分子量が500～100万である（GPCによるポリスチレンスルホン酸換算）。該重量平均分子量が500に満たないと分散安定性が不足してしまい、100万を超えると水溶性又は水分散性が低下し、効果が不十分となってしまう。該重量平均分子量は、1000～50万であることが好ましく、1000～10万であることが更に好ましい。該重量平均分子量を上記範囲内にするためには、例えば後述する該共重合体の調製条件等を適宜コントロールすればよい。

【0024】上記共重合体の調製方法は、得られる共重合体の加工用助剤としての機能を損なわない限り特に制限されることなく従来公知の調製方法が用いられる。調製方法の具体例としては、特開平7-223852号公報の第4欄42行～第5欄11行に記載の方法等が挙げられる。

【0025】上記共重合体からなる加工用助剤は、本発明の加工用助剤組成物中に好ましくは0.01～30重量%含有され、更に好ましくは0.05～10重量%含有される。該加工用助剤の含有量が上記範囲内であれば、本発明の加工用助剤組成物の粘度が適度に保たれ、しかも加工速度の向上効果が十分に発現する。

【0026】本発明の加工用助剤組成物におけるもう一方の必須成分である水は、媒体として用いられるものであり、その組成物中の含有量が好ましくは40～99.9重量%であり、更に好ましくは85～99.5重量%である。水の含有量が上記範囲内であれば、被加工物を生産効率良く表面加工することができる。

(5)

【0027】本発明の加工用助剤組成物においては、上述の必須成分に加えて必要に応じて他の成分を添加剤として添加することができる。該添加剤としては、例えば、単量体型の酸化合物の金属塩（以下、この単量体型の酸化合物の金属塩を「単量体型助剤」という）を挙げることができる。上記加工用助剤と該単量体型助剤とを併用することで、両者の協同効果により加工速度が一層向上する。

【0028】上記単量体型の酸化合物の金属塩（単量体型助剤）とは、重合性を有さない（即ち、単量体）酸化合物の金属塩を意味する。該酸化合物としては何等かの酸化作用を有するものであれば特段制限されるものではない。該酸化合物の具体例としては、硝酸、硫酸、亜硫酸、過硫酸、塩酸、過塩素酸、燐酸、亜燐酸、次亜燐酸、ピロリン酸、炭酸、乳酸、シウ酸、及び安息香酸、並びにこれらを官能基として有する有機酸等が挙げられる。また、該酸化合物の金属塩の金属としては、アルミニウム、マグネシウム、ニッケル及び鉄などが挙げられ、好ましくはアルミニウム及びマグネシウムが用いられる。上記単量体型助剤は、一種または二種以上を組み合わせて使用することが出来る。特に、上記単量体型助剤として、硝酸の金属塩、硫酸の金属塩、シウ酸の金属塩及び乳酸の金属塩からなる群から選ばれる一種以上を用いることが好ましく、とりわけ硝酸アルミニウム、シウ酸アルミニウム、又は乳酸アルミニウム等を用いると、研磨速度の向上効果が一層高くなるので好ましい。

【0029】上記単量体型助剤は本発明の加工用助剤組成物中に、好ましくは0.001～30重量%含有され、更に好ましくは0.05～10重量%含有される。該単量体型助剤の含有量が上記範囲内であれば加工速度の向上が十分であり、20重量%を超えて用いても加工速度は飽和する。

【0030】また、本発明の加工用助剤組成物においては、上記単量体型助剤の他に、各種界面活性剤、アルカリ性物質、各種増粘剤、各種分散剤、各種防錆剤、キレート剤、有機溶媒等の添加剤を用いることもできる。これらの添加剤は、本発明の加工用助剤組成物中に好ましくはそれぞれ0.001～10重量%添加される。

【0031】本発明の加工用助剤組成物は、そのpHに特段の制限はなく、被加工物の材質により適宜選択すれば良い。例えばカーボン基板の場合では、1～7、特に3～5であることが好ましい。pHが上記範囲内であるとカーボン基板の表面が酸化され易くなつて表面が柔らかくなるので加工速度が速くなる。本発明の加工用助剤組成物のpHを上記範囲内にするためには、例えば、上記加工用助剤及び必要に応じて上記単量体型助剤を所定量添加すればよい。

【0032】本発明の加工用助剤組成物は、各種加工工具（例えば、片面及び両面研磨装置、平面研削装置、非

球面研削装置、端面加工装置、切断装置）と併用されて、被加工物の各種加工、例えば、研磨、研削、切断（裁断）等に用いられる。特に、本発明の加工用助剤組成物は、被加工物の表面加工（研磨、研削等）に好適に用いられ、とりわけ固定砥石と併用されて、被加工物の表面研削、例えば研削取り代が10～1000μm程度で、研削後の中心線平均粗さRaが0.01～2μm程度の粗研削に好適に用いられる。尚、本明細書において「研磨」とは遊離砥粒を用いた平滑化加工をいい、「研削」とは、固定砥石等の工具を用いた平滑化加工をいう。

【0033】本発明の加工用助剤組成物を用いた加工の対象となる被加工物の材質としては、例えばアルミニウム、ガラス、ガラス状炭素、シリコン、その他セラミックス材料等が挙げられる。これらのうち、ガラスやガラス状炭素等の脆性材料からなる被加工物に対して本発明の加工用助剤組成物を用いて加工を行うと、従来の加工用助剤を用いた場合に比べてクラックの発生を抑えながらしかも速く加工ができるので好ましい。これらの被加工物の形状に特に制限は無く、例えばディスク状、プレート状、スラブ状、プリズム状等の平面部を有する形状や、レンズ等の曲面部を有する形状のものが本発明の加工用助剤組成物を用いた加工の対象となる。

【0034】次に、本発明の研磨材組成物について説明する。尚、本発明の研磨材組成物に関して特に詳述しない点については、上述の加工用助剤組成物に関して詳述した説明が適宜適用される。

【0035】本発明の研磨材組成物は、上記加工用助剤組成物と研磨材とからなり、該研磨材の含有量が該研磨材組成物において0.01～20重量%であり、被加工物の表面研磨、例えば研磨取り代が50～1000μm程度で、研磨後の中心線平均粗さRaが0.01～2μm程度の粗研磨（ラッピング）又は研磨取り代が0.1～50μm程度で、研磨後のRaが0.0002～0.002μm（2～20Å）程度の仕上げ研磨（ボリッキング）にも好適に用いられるものである。

【0036】上記研磨材としては、研磨用として一般に使用されている研磨砥粒を使用することができる。該研磨材の具体例としては、アルミナ系粒子、SiC粒子、ダイヤモンド粒子、ZrO<sub>2</sub>粒子、MgO粒子及びコロイダルシリカ粒子等が挙げられる。これらの研磨材のうち、アルミナ系粒子又はSiC粒子を使用すると研磨速度が速いので好ましく、特に、アルミナ系粒子として中間アルミナ粒子を使用すると被加工物の表面粗さを極めて小さくできるので好ましい。尚、本明細書において、中間アルミナ粒子とは、α-アルミナ粒子以外のアルミナ粒子の総称であり、具体的にはγ-アルミナ粒子、δ-アルミナ粒子、θ-アルミナ粒子、η-アルミナ粒子、及び無定型アルミナ粒子等が挙げられる。

【0037】上記研磨材の一次粒子の平均粒径は100

(6)

$\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。一次粒子の平均粒径が $100\mu\text{m}$ より大きいと被加工物を例えば研磨した際、特にガラス状炭素のような高硬度材料からなる被加工物を研磨した際に被加工物の表面粗さを小さくすることが困難となる場合がある。上記研磨材の粒径の下限には特段制限はないが、あまりに小さすぎると研磨速度が遅くなるので、一次粒子の平均粒径で $0.0005\mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。上記研磨材の一次粒子の一層好ましい平均粒径は $0.02\sim30\mu\text{m}$ である。なお、上記研磨材の一次粒子の平均粒径は、該研磨材 $0.1\text{g}$ に分散剤を加え、次いで超音波を印加して該研磨材を分散させ、更に乾燥させて得られたものをSEM観察して画像解析により求めたものである。また、該平均粒径が $2\mu\text{m}$ 以上のものなら、コールターカウンター〔型式MUL T I S I Z E R-II、(株)コールター社製〕で測定しても良い。

【0038】上記研磨材は、本発明の研磨材組成物中において水を媒体としたいわゆるスラリー状の状態で使用される。本発明の研磨材組成物における該研磨材の含有量は、本発明の研磨材組成物の粘度や被加工物の要求品質などに応じて種々選択することが出来るが、一般的な範囲としての含有量は上述の通り $0.01\sim30$ 重量%であり、好ましくは $0.05\sim10$ 重量%である。該研磨材の含有量が上記範囲内であれば、生産効率良く低表面粗さが達成される。

【0039】本発明によれば、上記加工用助剤組成物を被加工物の表面に接触させ、これと同時に砥石又は砥粒を該被加工物の表面に押し付けることを特徴とする表面加工方法が提供される。かかる表面加工方法の好ましい一実施形態について、カーボン材料の一つであるガラス状炭素基板の表面研削を例にとり図1及び図2を参照して説明する。ここで、図1は、ガラス状炭素基板の粗研削工程で使用される両面加工機を示す概略正面図であり、図2は、図1におけるX-X線矢視図である。

【0040】図1に示す両面加工機1は、下定盤2と、該下定盤2の上方に配設される上定盤3と、該上定盤3に接して該上定盤3を支持する定盤支持部4とを具備して構成されている。

【0041】図1に示すように、上定盤3は、エアシリンダ11の出力ロッド11aの先端部にプラケット12を介して回転可能に取り付けられている。該上定盤3は該エアシリンダ11により昇降可能になされていると共に、下降時にはベース5側で図2に示す矢印D方向に回転するロータ13の溝に係合して同方向に回転するようになされている。また、上記上定盤3の下面には、粒子状の加工材料(研磨砥粒)をバインダー剤により分散・保持させてなる固定砥石(図示せず)が配設されている。また、該上定盤3は、上記定盤支持体4にボルト(図示せず)によって緊結固定されており、該定盤支持体4と共に回転自在に設けられている。

【0042】図2に示すように、下定盤2は、上記ベース5上に矢印A方向に回転自在に設けられていて、その上面には、上記上定盤3に配設されている固定砥石と同種の固定砥石6が配設されている。また、該下定盤2には、中央の矢印B方向に回転する太陽歯車7と外周側の矢印C方向に回転する内歯歯車8とに噛み合って、公転しつつ自転する遊星歯車状のキャリア9が4機配設されている。そして、各キャリア9に設けられた8個の穴内にそれぞれ被加工物であるガラス状炭素基板10がセットされるようになっている。

【0043】上記上定盤3と上記下定盤2との間には、スラリー供給パイプ(図示せず)により本発明の加工用助剤組成物が所定の量で供給されるようになっている。そして、上記エアシリンダ11によって上記上定盤3を下降させることにより、上記キャリア9と一体に動く上記ガラス状炭素基板10は、上記下定盤2と上記上定盤3とに挟まれて粗研削が行われる。

【0044】上記上定盤3及び下定盤2に配設されている固定砥石は、ダイヤモンド、CBN(Cubic Bron Nitride)、アルミナ、SiC、ZrO<sub>2</sub>、MgO又はコロイダルシリカ等の粒子(研磨砥粒)をバインダー剤に分散・保持させてなるものである。これらの粒子うち、ダイヤモンド、アルミナ又はSiCを用いると加工速度が一層向上するので好ましい。本実施形態においてはダイヤモンド粒子が加工材料として用いられている。これらの粒子の平均粒径は、加工の種類(研磨、研削、切断)、加工の程度、及び被加工物の材質等にもよるが、一般に一次粒子の平均粒径が $0.005\sim150\mu\text{m}$ であることが好ましく、 $0.005\sim75\mu\text{m}$ であることが更に好ましい。また、上記バインダー剤としては、例えば、Fe(鉄など)、Cu若しくはNi等の金属单体又はこれらの一種以上を含む合金からなるメタルボンド剤を用いることができる。

【0045】上記粗研削に用いられるガラス状炭素基板は、炭素質樹脂状原料(フェノール樹脂等)を一対のガラス板間で硬化させた後、所定形状に打ち抜き、焼成して得られたものであり、その中心線平均粗さRaは粗研削前において約 $0.02\sim10\mu\text{m}$ である。そして、該ガラス状炭素基板を後述する条件において粗研削することにより、その中心線平均粗さRaは約 $0.1\sim2\mu\text{m}$ となる。

【0046】上記両面加工機を用いてガラス状炭素基板を粗研削加工する場合の条件は、一般的には下記の通りである。即ち、加工圧力は、好ましくは $10\sim2000\text{g/cm}^2$ であり、更に好ましくは $30\sim1500\text{g/cm}^2$ である。加工時間は、好ましくは $2\sim120$ 分であり、更に好ましくは $2\sim30$ 分である。加工温度は、好ましくは室温~ $50^\circ\text{C}$ である。両面加工機の上下定盤にそれぞれ配設される固定砥石中のダイヤモンド粒子の平均粒径は、好ましくは $0.0002\sim150\mu\text{m}$ であ

(7)

り、更に好ましくは0.0005~75μmである。両面加工機の下定盤回転数は加工機サイズに依存するが、例えばSPEED FAM社製9B型両面加工機であれば、好ましくは10~100rpmであり、更に好ましくは10~60rpmである。本発明の加工用助剤組成物の流量は、加工機サイズに依存するが、例えばSPEED FAM社製9B型両面加工機であれば、好ましくは5~300cc/minであり、更に好ましくは10~150cc/minである。

【0047】次に、本発明の研磨材組成物を用いた好ましい表面加工方法の一実施形態について、上述の方法により粗研削されたガラス状炭素基板の粗研磨（ラッピング）及びそれに引き続く仕上げ研磨（ポリッシング）を例にとり説明する。尚、本実施形態の粗研磨（ラッピング）及び仕上げ研磨（ポリッシング）に関して特に詳述しない点については、上述の加工用助剤組成物を用いた粗研削に関して詳述した説明が適宜適用される。

【0048】本実施形態の粗研磨（ラッピング）及び仕上げ研磨（ポリッシング）は、上述の粗研削に用いられる両面加工機を用いて行うことができる。この場合、該両面加工機の上下定盤に配設された固定砥石に代えて所定の硬度を有する研磨用パッドを用い、且つ上記スラリー供給パイプから上記加工用助剤組成物に代えて研磨材組成物を所定の量で供給する。粗研磨（ラッピング）を行う場合には、上記両面加工機の上下定盤には上記研磨砥粒を含まない鉄製等の金属定盤を用い、本発明の研磨材組成物を上記上定盤に開けられた穴を通じて所定量供給する。研磨材組成物中の研磨材の一次粒子の平均粒径は3~30μmであることが好ましく、その濃度は1~30重量%、特に2~20重量%であることが好ましい。一方、仕上げ研磨（ポリッシング）を行う場合には、上記両面加工機の上下定盤に発泡ウレタンパッド等の樹脂製研磨パッドを装着し、スラリー供給パイプから本発明の研磨材組成物を供給する。研磨材組成物中の研磨材の一次粒子の平均粒径は粗研磨（ラッピング）の場合よりも小さく、0.0002~3μmであることが好ましい。また、研磨材の濃度は粗研磨（ラッピング）の場合よりも低く、0.01~5重量%、特に0.02~2重量%であることが好ましい。

【0049】本実施形態の仕上げ研磨（ポリッシング）における条件は、一般的には下記の通りである。即ち、加工圧力は、好ましくは10~2000gf/cm<sup>2</sup>であり、更に好ましくは30~1500gf/cm<sup>2</sup>である。加工時間は、好ましくは2~120分であり、更に好ましくは2~30分である。上記両面加工機の上下定盤にそれぞれ装着する上記研磨パッドの硬度【JIS A (JIS K-6301)に準拠】は、好ましくは40~100であり、更に好ましくは60~100である。上記両面加工機の下定盤回転数は加工機サイズに依存するが、例えばSPEED FAM社製9B型両面加工

機であれば、好ましくは10~100rpmであり、更に好ましくは10~60rpmである。本発明の研磨材組成物の供給流量は、加工機サイズに依存するが、例えばSPEED FAM社製9B型両面加工機であれば、好ましくは5~300cc/minであり、更に好ましくは10~150cc/minである。

【0050】粗研磨（ラッピング）されたガラス状炭素基板を上記の条件において仕上げ研磨（ポリッシング）することにより、その中心線平均粗さRaは約4~20

10 Åとなる。

【0051】本発明の加工用助剤組成物及び研磨材組成物を用いた表面加工方法は、上記実施形態に制限されず、例えば、上述の両面加工機に代えて他の加工機を用いてもよい。また、被加工物として、ガラス状炭素以外の炭素、アルミニウム、ガラス、シリコン等を用いることもできる。また、上述の表面加工方法は、磁気記録媒体用基板に限らず、半導体用シリコンウェハ、光学ミラーやハーフミラー、及び光学プリズム等にも同様に適用することができる。

20 【0052】

【実施例】以下、実施例により本発明の有効性を例証する。しかしながら、本発明の範囲はかかる実施例に制限されるものではない。

【0053】【実施例1~12及び比較例1~5】表1に示す研磨材と加工用助剤とを、表1に示す濃度で以て残部水と混合・攪拌し、研磨材組成物を得た。尚、研磨材の濃度は実施例及び比較例を通じてすべて10重量%である。また、用いた加工用助剤の構造は、表2に示す通りである。粗研磨により中心線平均粗さRaを0.1μmとした直径1.8インチのガラス状炭素(GC)基板、ガラス基板、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·TiC基板、及びSiウェハーを、該研磨材組成物を用いて、図1及び2に示す両面加工機により仕上げ研磨した。この際、該両面加工機は下記の条件にて使用した。

【0054】<両面加工機の設定条件>

使用両面加工機：SPEED FAM社製 9B型両面加工機

加工圧力：150gf/cm<sup>2</sup>

加工時間：120分

40 研磨パッドの硬度：90【JIS A (JIS K-6301)に準拠】

下定盤回転数：40rpm

研磨材組成物流量：50cc/min

【0055】実施例及び比較例における各基板について、120分研磨を行い、除去量を測定し、比較例を基準として相対研磨速度を求めた。その結果を表1に示す。また、研磨後の各基板の表面におけるピット及びスクラッチの発生の程度を下記の基準により評価した。その結果を表1に示す。

50 【0056】【ピット】光学顕微鏡観察（微分干渉顕微

(8)

鏡) を用い倍率  $\times 400$  倍で各基板の表面を 60 度おきに 6 力所測定し、 $5 \mu\text{m}$  以上のピット個数をカウントしてその平均値を求めた。評価基準は下記の通りである。

S : ピット密度が 0 個／mm<sup>2</sup>

A: ピット密度が0.3個未満/mm<sup>2</sup>

B : ピット密度が 0.3 個以上 1 個未満 /  $\text{mm}^2$

C : ピット密度が 1 個以上／mm<sup>2</sup>

〔スクラッチ〕光学顕微鏡観察（微分干渉顕微鏡）を用い倍率×50倍で各基板の表面を60度おきに6カ所測定した。スクラッチの深さはZYGO（ZYGO社製）

により測定した。評価基準は下記の通りである。

S:深さ500Åを超えるスクラッチが0本／1視野

A:深さ500Åを超えるスクラッチが平均0.5本未満/1視野

B: 深さ 500Å を超えるスクラッチが平均 0.5 本以上 1 本未満 / 1 視野

C : 深さ 500 Å を超えるスクラッチが平均 1 本以上 / 1 視野

【0057】

10 【表1】

		被加工材	研磨材	加工用助剤	配合量(wt%)	特性評価					
						相対研磨速度			ピット		スクラッチ
実施例	1	GC	GC#3000	a	0.1	1.1					A
	2	GC	GC#3000	a	1	1.8					S
	3	GC	GC#3000	a	5	1.6					S
	4	GC	GC#3000	a	2.5	1.5					S
	5	GC	GC#3000	b	1	1.4					S
	6	GC	GC#3000	c	1	2.5					S
	7	GC	WA#20000	a	1		2.0				S
	8	GC	WA#20000	b	1		2.3				S
	9	GC	WA#20000	c	1		4.5				S
	10	ガラス	WA#20000	a	1			1.6			A
	11	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC	WA#20000	b	1				1.9		A
	12	シリコン	SiO <sub>2</sub> *	c	1					1.7	S
比較例	1	GC	GC#3000	—	—	1					—
	2	GC	WA#20000	—	—		1				B
	3	ガラス	WA#20000	—	—			1			C
	4	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC	WA#20000	—	—				1		B
	5	シリコン	SiO <sub>2</sub> *	—	—					1	B

GC#3000 . . . 番手#3000(一次粒子の平均粒径)のS i C  
 WA#20000 . . . 番手#20000(一次粒子の平均粒径)の $\alpha$ -アルミニナ  
 \* . . . . . 一次粒子の平均粒径 50 nm

【表2】

加工用助剤の構造式		重量平均分子量
a	$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \\    \quad   \\  \text{---} \text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{CH}_2 \text{---} \text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{---} \\    \quad   \\  \text{COONa} \quad \text{COO} + \text{CH}_2\text{CH}_2\text{O} \xrightarrow{120} \text{CH}_3  \end{array}  $ $n : n = 65 : 35$	約 5 万
b	$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \\    \quad   \\  \text{---} \text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{CH}_2 \text{---} \text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{---} \\    \quad   \\  \text{COONa} \quad \text{COO} + \text{CH}_2\text{CH}_2\text{O} \xrightarrow{120} \text{CH}_3  \end{array}  $ $n : n = 80 : 20$	約 7.5 万
c	$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \\    \quad   \\  \text{---} \text{C} \text{---} \text{CH}_2 \xrightarrow{n} \text{---} \text{CH}_2 \text{---} \text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{---} \\    \quad   \\  \text{SO}_3\text{Na} \quad \text{COO} \xrightarrow{\text{EO/PO}} \text{---} \text{CH}_3  \end{array}  $ $n : n = 70 : 30$	約 2.2 万

\* : EO/POのブロック付加物 (EO : PO = 80 : 30)

(9)

【0059】表1に示す結果から明らかなように、上記加工用助剤を含有する研磨材組成物（実施例1～12）を用いて基板を研磨すると、該加工用助剤を含有しない研磨材組成物（比較例1～5）を用いて基板を研磨した場合に比して、研磨速度が向上し、ピット及びスクラッチの発生が抑えられることが分かる。尚、研磨後の基板の表面粗さは、実施例及び比較例で同程度であった。

【0060】

【発明の効果】本発明によれば、被加工物の表面にピットやスクラッチ等の表面欠陥を生じさせること無く高速度で表面加工し得る加工用助剤組成物、研磨材組成物及び表面加工方法が提供される。本発明は、特に脆性材料

からなる被加工物の表面加工に好適である。

【図面の簡単な説明】

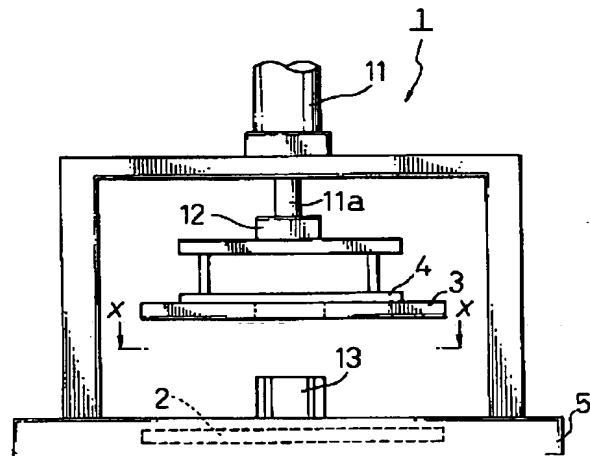
【図1】本発明の表面加工方法に好ましく用いられる両面加工機を示す要部概略正面図である。

【図2】図1におけるX-X線矢視図である。

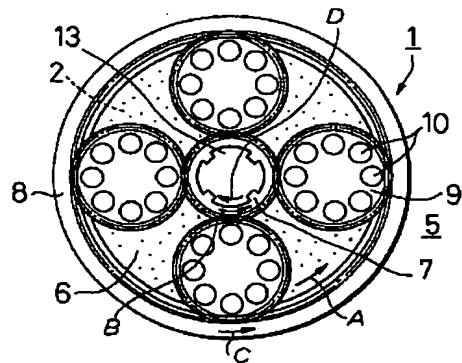
【符号の説明】

- 1 両面加工機
- 2 下定盤
- 3 上定盤
- 4 基板支持部
- 5 ベース
- 6 固定砥石

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

F I

C 0 8 L 33/02

C 0 8 L 33/02

33/14

33/14

41/00

41/00

// C 0 8 F 20/04

C 0 8 F 20/04

20/30

20/30

28/00

28/00